

[D:\AS\BALCA2] Fiche 925 ELIMINE

TIT PROCEDE DE FABRICATION DE TRIHYDRATE D'ALUMINE A TENEUR EN SODIUM ET GRANULOMETRIE REGLEES.

Prod'n. of alumina tri hydrate with controlled sodium content - by multistage process starting with supersaturated sodium aluminate soln. obt'd. by alkali treatment of bauxite

AUT BOUZAT-G LAMERANT-JM CINQUIN-J

SOC AP ALUMINIUM-PECHINEY

SI PECH

PECH

COM Procédé dit sursat à GARDANNE.

TYP BREVET

RF FR2709302

DDEP 19930826 FR 10479

DPUB 19950303 A1

19950922 B1

PR 19930826 FR 10479

LAN FRANCAIS

CAT C01F-007/14

E33 J04 L02 M28

E34-C01 J04-E04 L02-G11 M28-B

EMET CGDOC

LOCAL DRD/PI BIBLIOTHEQUE PAPIER

CT US4014985 WO8400355 WO8501040 WO9316957 US4150952

CLE PROCEDE BAYER. ALUMINATE SODIUM. DECOMPOSITION. NUCLEATION.

GERMINATION. AGGLOMERATION. CROISSANCE. STRUCTURE CRISTALLINE.

ALUMINE TRIHYDRATE. SODIUM. HYDROXYDE SODIUM. SOUDE. GRANULOMETRIE.

REGLAGE. CONTROLE.

AS 930826 APDB 4317B ET3845A ETBRGF dossier transféré dans BR 3068
930826 APDB 4317B BR3068 ETBRGR A1 9515 JML 23pp BAS C01F-007/14
930826 APDB 4317B BR3068 ETBRGR B1 23pp 2fig
930826 APDB 283AF BR3281 ETBRER A1 DF cité ds FR
930826 APDB 4317D BR3258 ETBREF

RES FR9310479 D = FR 2709302 A1 =

CN1106359 A 19950809

voir US3486850 US3545923 US4234559 US4305913 US4311486 US4582697

US4614642 FR1525133 FR2534898 FR2529877 FR2551429 FR2771081

WO9925653 EP344469

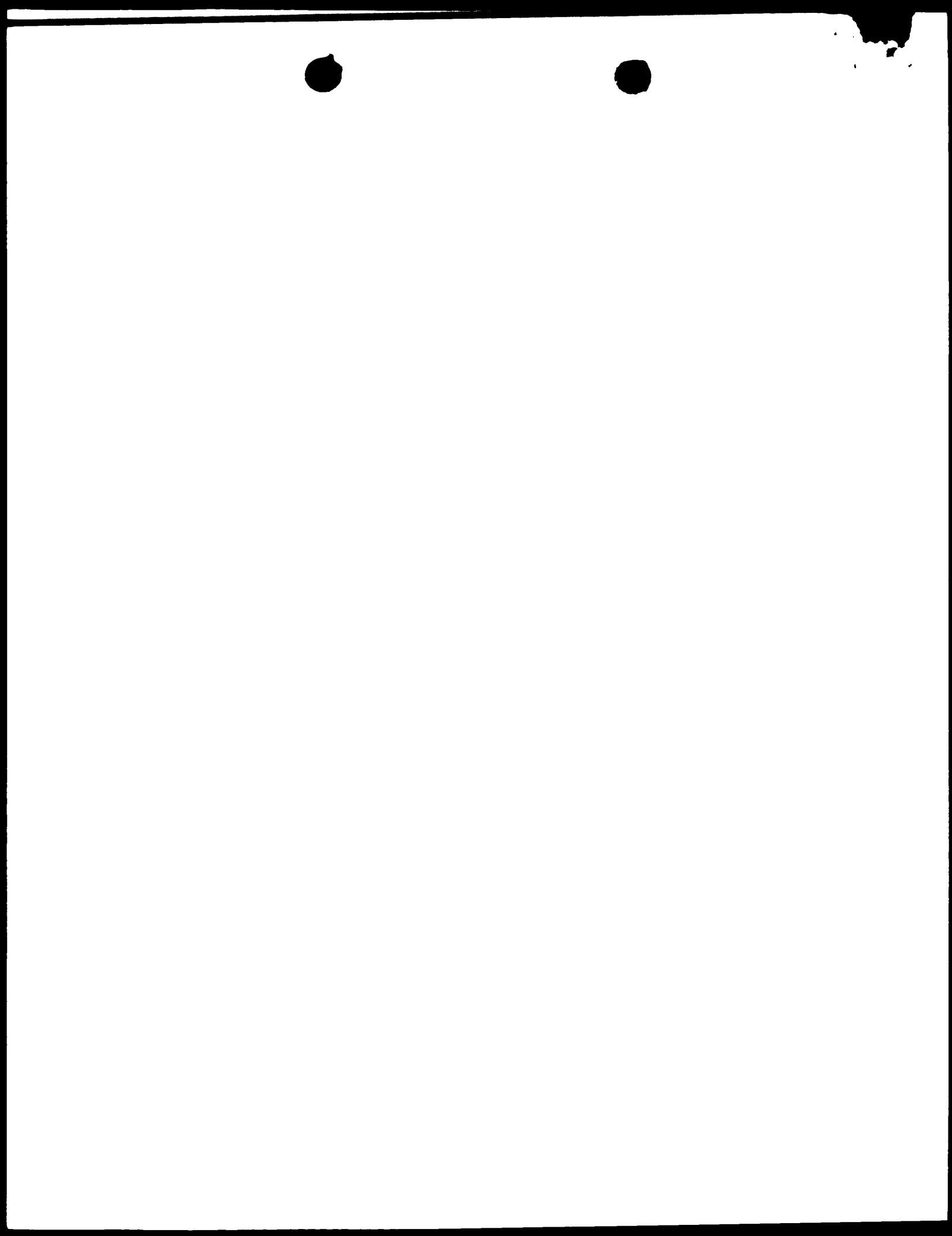
voir citant: FR2782710 FR9811111 WO0014015

mandataire: LATARD-JM

FR2709302 peut être considéré comme un perfectionnement de BR2335 par le fait qu'on règle d'abord la teneur en soude de l'hydrate à la valeur désirée en agissant sur la température et la sursaturation en début de décomposition, puis on corrige la granulométrie par un autre actionneur, l'appoint de fines agissant sur la nucléation des grains sans effet sur la soude.

Process for prod'n. of alumina trihydrate with a content of Na and having a controlled particle size, by decomp. of a supersaturated Na aluminate liquor obt'd. by alkaline attack of bauxite according to the Bayer process and comprising contacting at the start of the decomposition the whole of the primer with the whole of the Na aluminate soln. to be decomposed to form a suspension with a high concn. of solids in the form of $\text{Al}(\text{OH})_3$.

Process for prod'n. of alumina trihydrate with a content of Na and having a controlled particle size, by decomp. of a supersaturated Na aluminate liquor obt'd. by alkaline attack of bauxite according to the Bayer process and comprising contacting at the start of the decomposition the whole of the primer with the whole of the Na aluminate soln. to be decomposed to form a suspension with a high concn. of solids in the form of $\text{Al}(\text{OH})_3$, characterised by the stages of (a) starting with a preestablished relationship between the temp. of the onset of decomp. and the amt. of Na in the pptd. alumina



trihydrate, determining the temp. T of the start of decomp. of the supersaturated liquor as a function of the desired Na content of the alumina trihydrate, the supersaturated liquor having a ratio Rp between the concn. of Al₂O₃ in g/l, a concn. of caustic Na₂O in g/l in soln. of 0.9-1.3 and a concn. C of caustic soda of 130-190 g Na₂O/l; (b) forming in the 1st or header decomposer of the decomp. zone comprising n decomposers in cascade, a suspension of at least 700 g and pref. 800-1200 g dry solids/l of the liquor to be decomposed Ld, by contacting with stirring the said liquor at the temp. T fixed at below 80 Deg.C and pref. at 60-75 Deg.C, with the primer At of alumina trihydrate consisting predominantly of alumina trihydrate recycled as primer Ar after extraction of coarse particle size tri hydrate as production prod. P, and a smaller proportion of fine alumina trihydrate primer Ae from a source external to the decomposition chain of n reactors; (c) after a residence time of the suspension in the decomp. zone at a temp. t which is variable in the interval 80 Deg.C is greater than T is greater than or equal to t is greater than or equal to 50 Deg.C, until Rp is less than 0.7, a fraction Sp of not more than 50 vol. is removed from the homogenised suspension Sn-1 of high solids content circulating in the decomposition zone; (d) carrying out a granulometric classification C on the removed fraction Sp to separate the granular portion which is recovered as product P of alumina trihydrate of coarse granulometry and a supernatant portion Sf consisting of fine particles in suspension which is mixed with the fraction Sn-1 which has not been removed from the suspension circulating in the decomp. zone; (e) subjecting the suspension Sn resulting from the mixing, at the end of the decomposition, to a solid-liq. sepn. F, recycling the liq. phase comprising the decomposed liquor into the Bayer cycle as liquor for attacking the bauxite, and recycling the solid alumina trihydrate Ar of non-selected particle size as primer At after regulation of the particle size and addn. of fine exogenic primer Ae to the header decomposer; (f) working from a pre-established relationship between the particle size of the recycled primer and the apparent nucleation density Delta of the suspension Si at the temp. T at the head of the decomp., where D Delta= the number of particles per gram of nucleated trihydrate in a range of + 0.1 micrometres, divided by the chosen reference dia. d in micrometres, the nucleation density is determined as Delta c to obtain the granulometry of the recycled primer Ar imposed by that of the production trihydrate and this density is subsequently compared with the actual measured nucleation density Delta e and the difference in density is corrected by adjusting the rate of feed of the exogenic primer Ae such that a deficit in density of the number of particles w.r.t. the target density Delta c is compensated by increasing the feed of fine exogenic primer Ae and an excess in the number of particles w.r.t. the target density Delta c is compensated b by reducing the feed of fine exogenic primer, this correction by regulated feed exogenic primer being continued in the range of 0-20 wt. of the prodn. of alumina trihydrate. USE - As raw material for prodn. of electrolytic aluminium, refractories, abrasives, ceramics and catalysts.

ADVANTAGE - Allows prodn. of alumina trihydrate with a selected Na content and particle size while maintaining high productivity.

Dwg.1/2

1995

PRODUCE ALUMINA TRI HYDRATE CONTROL SODIUM CONTENT MULTISTAGE START PROCESS SUPERSATURATED ALUMINATE SOLUTION OBTAIN ALKALI TREAT BAUXITE

0283AF 4317B 4317D

PRFR NS1 DFR NP1

Créé le 15 Juin 1996 Modifié le 20 Dec. 2000

AN

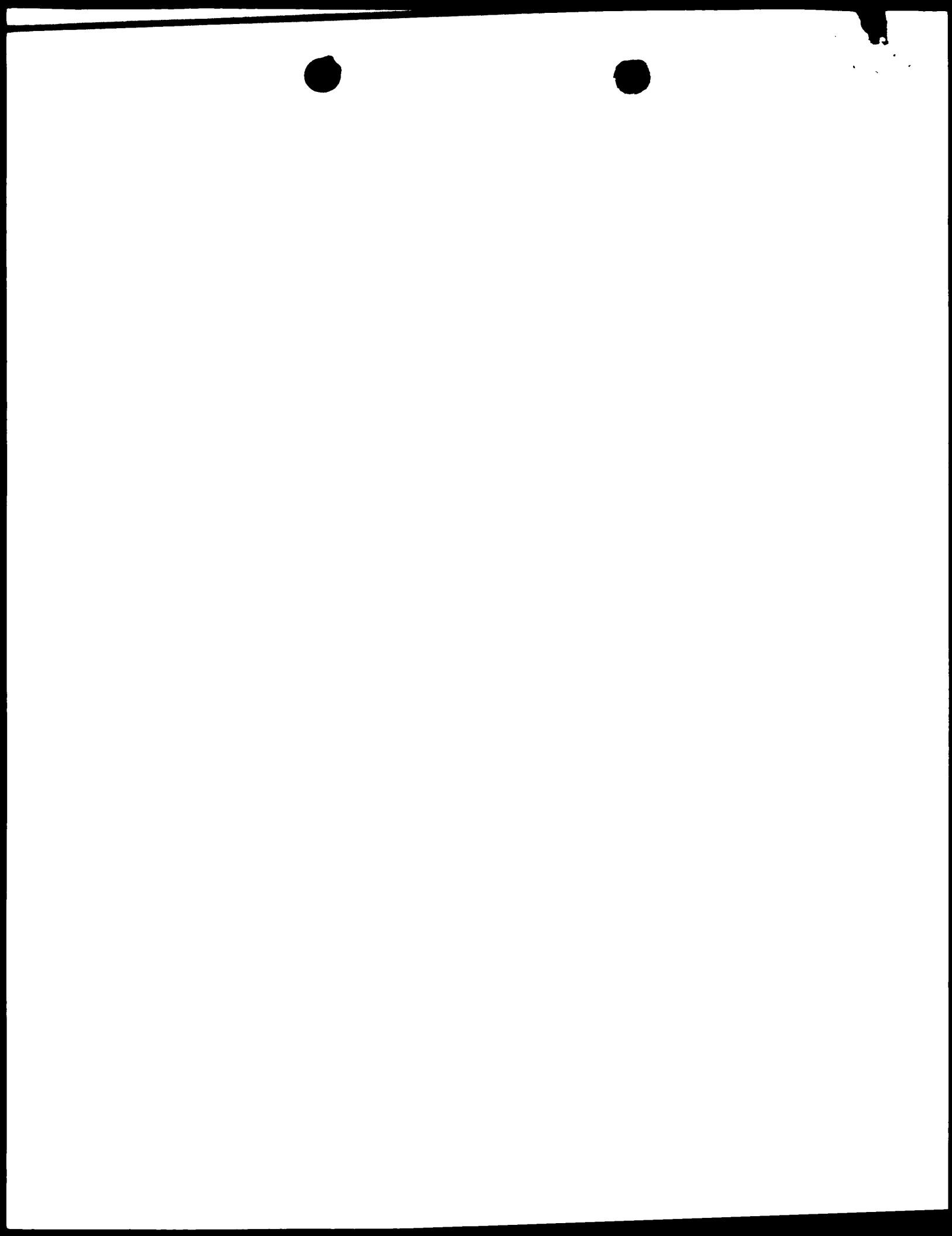
IT

CP

ZO

DATE

**



ER 2709302 - A1

(19) RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

**INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE**

PARIS

11 N° de publication :

(à n'utiliser que pour les commandes de reproduction)

2 709 302

(21) N° d'enregistrement national :

93 10479

(51) Int Cl⁶ : C 01 F 7/14

12

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

(22) Date de dépôt : 26.08.93.

30 Priorité :

(71) Demandeur(s) : Aluminium PECHINEY — FR.

(43) Date de la mise à disposition du public de la demande : 03 03 95 Bulletin 95/09.

56 Liste des documents cités dans le rapport de recherche préliminaire : Se reporter à la fin du présent fascicule.

60 Références à d'autres documents nationaux apparentés :

(72) Inventeur(s) : Bouzat Gilbert, Lamerant Jean-Michel et Singuin Joël

73 Titulaire(s) :

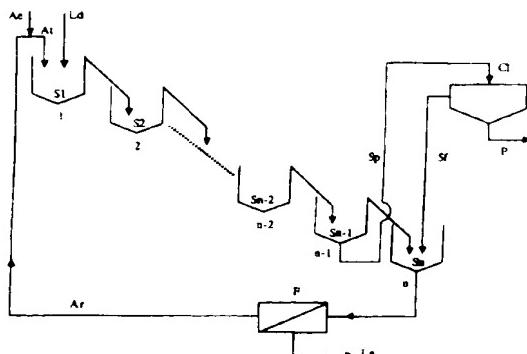
74) **Mandataire** : Latard Jean-Marie Pechiney.

(54) Procédé de fabrication de trihydrate d'alumine à teneur en sodium et granulométrie réglées.

57 Le trihydrate d'alumine est précipité par décomposition d'une solution sursaturée d'aluminat de sodium de Rp compris entre 0,9 et 1,3 avec une concentration en soude caustique comprise entre 130 et 190 g Na₂O par litre et en présence d'une très forte concentration de matière sèche (> 700 g Al(OH)₃/litre). Après extraction de la production en fin de décomposition, l'amorce est recyclée en tête de décomposition avec un appoint extérieur d'amorce fine (amorce exogène) à une température T < 80 °C et généralement comprise entre 60 et 75 °C.

1^o) En fonction de la teneur en sodium résiduel désirée dans le trihydrate de production on fixe la température T de début de décomposition à partir d'un modèle préalablement établi reliant la sursaturation $\beta\alpha^3$, la concentration en Na₂O caustique et la température de début de décomposition.

2^e) A partir d'un autre modèle indiquant la densité de nucléation à viser en début de décomposition à la température T précédemment déterminée, pour obtenir la granulométrie désirée pour le produit final et l'amorce. on ajuste par modification du débit pondéral d'amorce fine exogène la densité de nucléation mesurée à la densité de nucléation à viser ou densité de consigne.



**PROCEDE DE FABRICATION DE TRIHYDRATE D'ALUMINE A TENEUR EN SODIUM
ET GRANULOMETRIE REGLEES**

DOMAINE TECHNIQUE

La présente invention concerne un procédé de fabrication de trihydrate d'alumine par décomposition en présence d'amorce d'une liqueur sursaturée d'aluminate de sodium issue du procédé Bayer, permettant de maîtriser simultanément la teneur en sodium et la granulométrie du trihydrate d'alumine précipité tout en conservant une productivité élevée.

5

ETAT DE LA TECHNIQUE

Les caractéristiques physico-chimiques du trihydrate d'alumine et en particulier la pureté, la granulométrie, la taille des cristallites élémentaires et leur degré d'agglomération en grains plus ou moins friables, conditionnent les propriétés de l'hydrate d'alumine et ultérieurement celles de l'alumine. De ce fait elles doivent être adaptées en fonction des applications du produit, par exemple comme alumine métallurgique pour la production d'aluminium par électrolyse ignée ou comme alumines techniques dans des domaines aussi variés que les réfractaires, les abrasifs, les céramiques et les catalyseurs.

Pour le producteur d'alumine mettant en oeuvre le procédé Bayer, la fabrication de trihydrate d'alumine dont la granulométrie, la teneur en sodium résiduel voire la texture peuvent être réglées simultanément et indépendamment, constitue un avantage en terme de souplesse d'exploitation mais cet avantage devient d'autant plus appréciable quand les performances du procédé en terme de productivité et de fiabilité sont conservées, voire même améliorées par rapport à celles obtenues avec les procédés connus.

Par productivité, il faut comprendre productivité de la liqueur d'aluminate de sodium sursaturée issue de l'attaque alcaline de la bauxite selon le procédé Bayer exprimée par la quantité d'alumine en gramme par litre de liqueur ou en kg par m^3 de liqueur, qui précipite lors de la décomposition en présence d'amorce. Cette quantité de trihydrate précipité est la différence des concentrations d'équilibre

entre les étapes d'attaque et de décomposition, elles-mêmes fonctions de la concentration en soude caustique et de la température de la liqueur. Cette productivité, mesurée par la variation du rapport pondéral Rp de la concentration exprimée en g/litre de Al_2O_3 solubilisé à la concentration exprimée en g/litre de Na_2O caustique dans la liqueur avant et après 5 décomposition, peut atteindre voire dépasser 80g Al_2O_3 /litre (80 kg $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{m}^3$)

Par fiabilité il faut comprendre reproduction précise et stable dans le temps des caractéristiques visées à partir des consignes de réglage, ce 10 qui sous entend donc une faible dispersion des caractéristiques obtenues par rapport aux caractéristiques visées.

Dans un certain nombre d'applications dont la principale est l'alumine métallurgique l'on s'efforce de fabriquer du trihydrate d'alumine de 15 granulométrie grossière unimodale avec un diamètre médian d 50 (diamètre pour lequel 50% poids des particules ont un diamètre inférieur et 50% en poids des particules ont un diamètre supérieur) généralement compris entre 60 et 100 micromètres et ne comportant pas plus de 15% en poids de particules inférieures à 45 micromètres. Cette granulométrie grossière 20 assure une bonne coulabilité du trihydrate d'alumine dans la mesure où les grains sont de forme régulière et suffisamment solides pour ne pas se désintégrer lors des opérations ultérieures: classement, transfert, calcination, au cours desquelles les grains sont soumis à de nombreuses contraintes par choc, frottement et écrasement.

25 Pour ce faire l'homme du métier dispose d'un certain nombre de procédés permettant de fabriquer le produit désiré dont les plus connus sont décrits dans les brevets US 3 486 850, US 4 234 359, US 4 305 913 et US 4 311 486. Ces procédés ont en commun de réaliser la décomposition de la 30 liqueur sursaturée en au moins 2 étapes distinctes suivies d'une classification du trihydrate d'une part en trihydrate grossier destiné à la production, d autre part en trihydrate de granulométrie moyenne et fine recyclé en majeure partie comme amorce à la 2ème étape de décomposition dite de croissance et pour la partie mineure comme amorce 35 à la 1ère étape de décomposition dite "d'agglomération".

Au cours de ces 2 étapes successives l'on réalise d abord, par maintien

en agitation de la liqueur à décomposer en présence d'une faible quantité d'amorce à une température suffisante pour limiter l'apparition de trop nombreux germes, la mise en contact et le regroupement des germes en agglomérats. On favorise ensuite par refroidissement de la suspension additionnée d'une plus grande quantité d'amorce, la précipitation de 5 l'alumine sur les agglomérats qui sont consolidés et grossissent en conservant leur texture initiale dite de type "mosaïque". La présence de fines particules de trihydrate ne peut être évitée, mais après classement ces fines particules sont recyclées avec les particules moyennes comme amorce. L'opération finale de classement au cours de laquelle on extrait 10 la production permet par déplacement du seuil de coupure de corriger les écarts de taille moyenne des particules par rapport à la taille moyenne visée pour la production. Le surplus ou le défaut de particules de trihydrate qui se répercute sur la granulométrie de l'amorce recyclée peut être ensuite corrigée par adaptation des taux de nucléation et 15 d'agglomération en début de décomposition.

Toutefois tous ces procédés, compte tenu des volumes de liqueurs et des quantités d'amorce mis en oeuvre, présentent une grande inertie et ne permettent donc pas de corrections importantes et rapides de la 20 granulométrie. Par ailleurs, même lorsque la production de trihydrate d'alumine est stabilisée sur une granulométrie déterminée, on enregistre des teneurs résiduelles en sodium provenant de la soude insoluble incorporée dans les grains de trihydrate, à la fois élevées et fluctuantes. Ces fluctuations des teneurs en sodium sous forme de Na₂O 25 peuvent atteindre par exemple ± 1000 ppm autour d'une valeur moyenne de 2000 ppm pour un trihydrate d'alumine dont le diamètre moyen est de 1'ordre de 80 micromètres.

Ces teneurs élevées et fluctuantes s'avèrent rédhibitoires pour un 30 certain nombre d'applications de l'alumine notamment dans le domaine des céramiques car les opérations ultérieures classiques de lavage puis de calcination directe du trihydrate d'alumine en alumine ne permettent pas d'éliminer la soude insoluble incorporée dans les grains.

35 La maîtrise simultanée de la granulométrie et de la teneur en sodium du trihydrate d'alumine reste très difficile à réaliser notamment si l'on vise des teneurs en sodium systématiquement inférieures à 2000 ppm. En

effet les 2 principaux paramètres de réglage sur lesquels on peut agir ou "actionneurs", à savoir la température et la sursaturation de la liqueur, sont interdépendants et conditionnent donc simultanément la teneur en sodium et la granulométrie et la teneur en sodium du trihydrate d'alumine. Pour l'homme du métier il est bien connu que la teneur résiduelle en sodium du trihydrate croît avec la sursaturation de la liqueur à décomposer et que cette sursaturation ne peut être limitée par une augmentation de la température de début de décomposition car il convient de conserver parallèlement une nucléation suffisante, c'est-à-dire de générer suffisamment de particules fines ou germes dans la liqueur qui après agglomération et nourrissement détermineront la granulométrie finale du trihydratre. Il devient alors nécessaire de réduire la sursaturation par abaissement du rapport pondéral Rp à moins de 1 ainsi que la concentration en soude caustique de la liqueur à décomposer à moins de 140 g de Na_2O caustique/litre, sachant qu'à température et Rp constants la teneur en soude incorporée croît également avec la concentration de Na_2O .

Le corollaire de ce double choix qui permet effectivement de réduire les teneurs en sodium dans le trihydrate d'alumine, tout en contrôlant la granulométrie, est évidemment un abaissement important de la productivité qui ne peut dépasser 60 kg $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{m}^3$.

Enfin avec les procédés de décomposition tels que décrits dans FR 2529877 et FR 2551429 (correspondant à US 4 614 642) qui mettent en oeuvre de très fortes concentrations d'amorce ($> 700\text{g Al(OH)}_3/\text{litre}$) dès la 1ère étape de décomposition pour réaliser quasi simultanément nucléation et agglomération des germes avant de privilégier dans une 2ème étape la croissance des grains, l'homme du métier ne dispose pas non plus de solution satisfaisante à son problème. En effet les productivités élevées (de l'ordre de 80 kg $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{m}^3$) qu'autorisent ces procédés, résultent du choix de Rp (1,1 à 1,3) et de concentration en soude ($\text{Na}_2\text{O} > 140\text{g/l}$) élevés qui engendrent par conséquent les mêmes inconvénients que précédemment en ce qui concerne le sodium incorporé avec de surcroît une texture de grain de trihydrate d'alumine de type "radial" considérée généralement comme moins résistante aux effets d'attrition et aux chocs. Cette texture résulte directement du mode de décomposition qui favorise la croissance isotrope des grains radialement à partir des germes peu ou

pas agglomérés.

De plus, si la température en fin de décomposition fait atteindre le seuil de sursaturation critique d'oxalate de sodium dans la liqueur, les fortes concentrations en soude utilisées favorisent la précipitation de cet oxalate de sodium, produit de la dégradation des matières humiques contenues dans la bauxite lors de l'attaque alcaline. Or il est bien connu que les fines particules d'oxalate de sodium font office d'amorce et génèrent des populations parasites de grains fins de trihydrate. Ces grains particulièrement fragiles se développent au détriment de la croissance régulière des grains de trihydrate déjà formés présentant une distribution granulométrique unimodale.

OBJET DE L'INVENTION

15 La présente invention décrit un procédé de fabrication permettant de maîtriser simultanément la teneur en sodium et la granulométrie du trihydrate d'alumine sans diminution de la productivité. Elle repose sur le constat qu'il est possible de régler préalablement la teneur en sodium du trihydrate par la température de début de décomposition agissant sur la sursaturation de la liqueur, mais aussi de façon inhérente sur la nucléation et donc sur la granulométrie du trihydrate, et de corriger alors cette granulométrie par un actionneur de granulométrie sans effet sur la teneur en sodium, comme par exemple l'apport externe et modulable de fines particules de trihydrate en appont à l'amorce recyclée en tout 20 début de décomposition.

25

Plus précisément l'invention concerne un procédé de fabrication de trihydrate d'alumine à teneur en sodium et granulométrie réglées, par décomposition d'une liqueur sursaturée d'aluminate de sodium issue de l'attaque alcaline de bauxite selon le procédé Bayer et comportant la mise en contact en tout début de décomposition de la totalité de l'amorce avec la totalité de la solution d'aluminate de sodium à décomposer pour former une suspension à haute concentration en matière sèche sous forme d' Al(OH)_3 , caractérisé par les étapes suivantes:

30
35

a) A partir d'un modèle relationnel préétabli entre la température de début de décomposition et la teneur en sodium du trihydrate d'alumine

précipité on fixe la température T de début de décomposition de la liqueur sursaturée en fonction de la teneur en sodium visée dans le trihydrate, ladite liqueur sursaturée ayant un rapport R_p des concentrations $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Na}_2\text{O}$ caustique en solution compris entre 0,9 et 1,3 et une concentration en soude caustique comprise entre 130 et 190g
5 $\text{Na}_2\text{O}/\text{litre}.$

b) On forme dans le 1er étage de la zone de décomposition comportant n décomposeurs en cascade une suspension d'au moins 700g/litre et de préférence 800 à 1200g de matière sèche par litre de liqueur à 10 décomposer, par mise en contact avec agitation de ladite liqueur, à la température T fixée inférieure à 80°C et généralement comprise entre 60 et 75°C, avec l'amorce de trihydrate d'alumine constituée en majeure partie de trihydrate d'alumine, recyclé comme amorce après extraction d'une fraction du trihydrate de granulométrie grossière pour la 15 production, et pour la petite partie restante, n'excédant pas 20% en poids de la production extraite, d'amorce fine de trihydrate d'alumine dite amorce "exogène" car produite ou transformée à partir d'une source distincte de la chaîne de décomposition de n réacteurs.

20 c) Après un temps de séjour de la suspension, dans la zone de décomposition à une température t variable dans l'intervalle $80^\circ\text{C} > T \geq t \geq 50^\circ\text{C}$, jusqu'à l'obtention d'un $R_p < 0,7$ on prélève une fraction n'excédant pas 50% en volume de la suspension homogénéisée à haute concentration en matière sèche circulant dans la zone de décomposition.

25 d) Sur la fraction de suspension prélevée on effectue un classement granulométrique pour séparer la partie grevée, qui est extraite pour constituer la production de trihydrate d'alumine de grosse granulométrie, de la partie surnageante de fines particules en suspension qui est 30 mélangée à la fraction non prélevée de la suspension circulant dans la zone de décomposition.

e) On soumet la suspension résultant du mélange en fin de décomposition à une séparation solide-liquide, la phase liquide constituée par la liqueur 35 décomposée est renvoyée dans le circuit Bayer comme liqueur d'attaque de la bauxite alors que la phase solide de trihydrate d'alumine de granulométrie non sélectionnée est recyclée comme amorce, après contrôle

granulométrique puis addition d'amorce fine "exogène", dans le décomposeur de tête.

f) A partir d'un modèle relationnel préétabli entre la granulométrie de l'amorce recyclée et la densité de nucléation apparente à de la suspension à la température T en tête de décomposition, ladite densité de nucléation à étant définie comme le nombre de particules par gramme de trihydrate centrées, dans un intervalle de $\pm 0,1 \mu\text{m}$, sur le diamètre de référence choisi exprimé en micromètre, on détermine la densité de nucléation apparente à viser pour obtenir la granulométrie de l'amorce recyclée imposée par celle du trihydrate de production, l'on compare ensuite cette densité à la densité de nucléation apparente réellement mesurée et l'on corrige l'écart de densité par ajustement du débit pondéral d'amorce fine "exogène" de telle sorte que l'on compense un déficit du nombre de particules par rapport à la densité à viser par une augmentation du débit pondéral d'amorce fine "exogène" et un excès du nombre de particules par rapport à la densité à viser par une diminution de ce débit pondéral d'amorce fine exogène, cette correction par apport modulé d'amorce exogène devant rester dans l'intervalle de 0 à 20% en poids de la production de trihydrate d'alumine.

La solution apportée par la demanderesse à ce problème de la maîtrise concomitante de 2 caractéristiques essentielles du trihydrate d'alumine que sont la granulométrie et la teneur en sodium résiduel provenant pour l'essentiel de la soude insoluble incorporée dans les grains de trihydrate, consiste donc à déterminer en fonction de la teneur en sodium acceptable dans le produit final, la température T de début de décomposition. En effet pour des valeurs de Rp et de concentration C en soude nécessaires pour conserver une bonne productivité et donc choisies dans les plages suivantes $0,9 \leq Rp \leq 1,3$ et de préférence $1 \leq Rp \leq 1,1$ ainsi que $130\text{g/l} \leq C.\text{Na}_2\text{O} \leq 190\text{g/l}$ et de préférence $150\text{g/l} \leq C.\text{Na}_2\text{O} \text{ g/l} \leq 170\text{g/l}$, la température T de début de décomposition devient le seul paramètre ou "actionneur" susceptible d'agir efficacement sur la sursaturation de la liqueur et donc sur la teneur en soude incorporée dans le trihydrate précipité. Après expérimentation un modèle relationnel peut être donc facilement établi entre cette teneur en soude incorporée et la température T de début de décomposition par l'intermédiaire de la sursaturation β_0 et cette relation dans la plage de température $75^\circ\text{C} \leq T$

§ 60°C est du type

(1) Na_2O incorporée (ppm/hydrate) = $245 \beta_0^3$ où β_0 mesure la sursaturation maximale au 1er étage de décomposition par le rapport

$$5 \quad (2) \beta_0 = \frac{R_p}{R_{pe}}$$

10 R_{pe} qui mesure le R_p à l'équilibre de la liqueur après un temps de décomposition infini est déterminé pratiquement par la relation simplifiée

$$15 \quad (3) R_{pe} = -0,7174 + 0,01313 T^\circ\text{C} + 0,002853 C \text{ Na}_2\text{O g/l}$$

20 On déduit ainsi la température T en degrés celsius de début de décomposition correspondant à la teneur en sodium acceptable.
 15 Cette température T de préférence comprise entre 60°C et 75°C ne doit pas perturber le 2ème actionneur agissant comme correcteur spécifique de la granulométrie du trihydrate, en l'occurrence l'appoint modulé d'amorce fine exogène à l'amorce de trihydrate d'alumine recyclée.

25 En effet si la température T est trop faible ($T < 60^\circ\text{C}$) la sursaturation augmente favorisant non seulement l'incorporation de sodium dans les germes plus ou moins agglomérés mais également une très forte nucléation spontanée dans la liqueur c'est-à-dire l'apparition d'un trop grand nombre de germes qui conduit à un affinement important de la granulométrie du trihydrate que le 2ème actionneur ne peut corriger. A l'inverse si T est trop élevée ($T \geq 80^\circ\text{C}$) la sursaturation est trop faible pour entretenir une nucléation suffisante même par un apport important d'amorce fine exogène.

30 Pour être efficace, c'est-à-dire pour modifier significativement en début de décomposition la densité de nucléation en fonction des apports modulés d'amorce exogène qui ne doivent pas dépasser 20% en poids de la production et de préférence se situer entre 2% et 15% en poids de cette production, l'amorce exogène doit être constituée pour au moins 70% en poids de grains de trihydrate de diamètre compris entre 10 et 30 micromètres, car les grains de taille supérieure de faible surface

spécifique s'avèrent très peu actifs comme amorce à la température T considérée, alors que les grains trop fins et notamment ceux dont le diamètre est inférieur à 5 micromètres ont tendance soit à s'agglomérer immédiatement perdant de leur efficacité soit à se coller sur les parois quand ils ne sont pas agglomérés, ce qui rend leur comptage impossible.

5

L'amorce exogène fine ainsi définie peut être obtenue par différents moyens connus, par exemple:

10 - par récupération de l'amorce fine classée (inférieure à 45 micromètres) provenant d'une autre chaîne de décomposition si l'on est sur un site de production d'alumine important.

15 : - par la préparation de trihydrate d'alumine de granulométrie adéquate à partir d'une amorce auxiliaire précalibrée selon des procédés connus comme FR 1525133 (équivalent à US 3545923) qui utilise une amorce auxiliaire ultra fine précipitée sous forme d'un gel d'hydrate d'alumine ou comme FR 2534898 (équivalent à US 4582697) et EPA 0344469 qui utilisent une amorce auxiliaire affinée par broyage de trihydrate jusqu'au degré de finesse désiré et contrôlé par mesure de la surface 20 spécifique BET. On peut donc dans ce dernier cas prélever une petite fraction de la production qui après broyage servira d'amorce auxiliaire pour la fabrication de l'amorce fine exogène.

25 Cette amorce fine ainsi définie permet, par un apport modulé à l'amorce recyclée, de corriger la granulométrie du trihydrate résultant des conditions de précipitation choisies au préalable pour réguler la teneur en sodium résiduel. Cet apport modulé de particules fines d'amorce exogène dont la taille et le nombre contrôlent la granulométrie finale du trihydrate d'alumine agit de la façon suivante:

30

A la température T de début de décomposition choisie en fonction de la teneur en sodium visée dans le trihydrate, au moins égale à 60°C pour limiter l'importance de la nucléation spontanée par la seule présence d'amorce recyclée dans la liqueur sursaturée, l'on peut considérer que ce 35 sont les particules d'amorce fine exogène qui constituent la source principale de germes dans la liqueur sursaturée de sorte que l'on peut établir un modèle relationnel linéaire entre le débit pondéral Q d'amorce

fine exprimé en % de la production de trihydrate d'alumine et la densité de nucléation apparente Δ (précédemment définie). Cette densité Δ est mesurée par rapport à un diamètre de référence choisi le plus faible possible pour se rapprocher des dimensions des petites particules de germes encore faiblement agglomérés en début de décomposition, tout en restant mesurable par les méthodes de comptage granulométrique à l'échelle micronique les plus performantes (appareil ELZONE selon norme française NFX 11-670). Le diamètre de référence peut être choisi dans la plage de 2 à 20 micromètres, dans le cas présent ce diamètre est choisi à 3,24 micromètres et la relation linéaire entre Δ ($d_{3,24}$) et le débit pondéral Q d'amorce fine exogène en % de la production est à $T = 65^\circ\text{C}$.

$$(4) \Delta (d_{3,24}) = (A_0 + 0,08 Q) 10^5. \quad \text{où } A_0 \text{ est une constante}$$

Il existe par ailleurs une relation entre la densité apparente de nucléation Δ mesurée en début de décomposition et la granulométrie du trihydrate final désirée. En effet à chaque petite particule de germes faiblement agglomérés de diamètre d et de masse constitué en début de décomposition par l'amorce fine exogène correspond au terme de la phase de nourrissement, donc en fin de décomposition, un grain de trihydrate de diamètre D et de masse M tels que $m/M = (d/D)^3$.

Cela dans la mesure où l'on a conservé une seule population de grains et par conséquent évité toute précipitation intempestive de trihydrate provoquée par exemple par l'apparition de germes parasites d'oxalate de sodium. On peut donc aisément établir un modèle relationnel entre la densité de nucléation Δ $d_{3,24}$ et la granulométrie finale du trihydrate ou plus précisément la granulométrie de l'amorce recyclée après extraction de la production.

Ainsi à la température T de début de décomposition imposée par le réglage de la teneur en sodium résiduel dans le trihydrate, on détermine à partir d'un modèle relationnel préétabli la densité de nucléation apparente qu'il faut viser pour obtenir la granulométrie désirée de l'amorce généralement définie par 3 ou 4 points caractéristiques, pourcentages passant à 15 μm et 30 μm , d 50% et pourcentage de passant à 125 μm .

On compare la densité de nucléation à viser au taux de nucléation α_z effectivement mesurée et selon le sens de l'écart, on augmente la densité de nucléation α_e en augmentant proportionnellement le débit pondéral d'amorce fine exogène pour retrouver la densité à viser quand α_e mesuré < α_c à viser, et on diminue la densité α_e en diminuant proportionnellement 5 le débit pondéral d'amorce fine exogène pour retrouver la densité à viser quand α_e mesuré > α_c à viser.

Le procédé selon l'invention, outre le fait qu'il permet de réguler simultanément, sans baisse de productivité, teneur en sodium et 10 granulométrie, présente pour l'homme du métier un autre avantage appréciable lié à l'apport d'amorce fine exogène et concerne la texture des grains de trihydrate précipités. En effet la texture des nouveaux grains de trihydrate produits est déterminée essentiellement par la texture des grains de l'amorce exogène dans la mesure où cette amorce 15 exogène ne comporte pas une trop forte proportion de grains ultra-fins, de diamètre inférieur à 5 micromètres, qui favorisent alors le développement d'une texture radiale. Ainsi l'introduction d'amorce exogène de trihydrate à texture mosaïque préparée selon EPA 344469 et dont 75% en poids des grains ont un diamètre compris entre 10 et 30 20 micromètres a conduit après plusieurs semaines de fonctionnement au remplacement de près de 90% des grains à texture radiale constituant initialement l'amorce circulante et cela sans changement significatif de la granulométrie moyenne du trihydrate et de la teneur en sodium résiduel donc sans risque de coexistence de 2 populations granulométriques 25 distinctes. Le procédé selon l'invention permet donc également une adaptation des textures de grain de trihydrate produit à la texture de l'amorce exogène qu'elle soit de type "radial" ou de type "mosaïque" et cela indépendamment de leur taille et de la teneur en soude incorporée.

30 **MISE EN OEUVRE DU PROCEDE**

L'invention sera mieux comprise à partir de la description détaillée ci-après s'appuyant sur les figures 1 et 2 représentant respectivement un schéma des différents flux de matières lors de la décomposition de la liqueur sursaturée d'aluminate de sodium et un diagramme de détermination 35 et d'adaptation rapides du débit pondéral d'amorce fine exogène en fonction de la densité de nucléation à viser pour une température T de début de décomposition prédéterminée.

En vue de produire du trihydrate d'alumine dont la teneur en sodium résiduel est $\text{Na}_2\text{O} < 2000 \text{ ppm}$ avec passant à 15 $\mu\text{m} < 1\%$, diamètre médian d₅₀ compris entre 70 et 95 μm et passant à 125 $\mu\text{m} > 80\%$, on définit les spécifications correspondantes de l'amorce recyclée, après classement et extraction de la production ainsi spécifiée représentant environ 10% en 5 poids de cette amorce, à savoir: $\text{Na}_2\text{O} < 2000 \text{ ppm}$ avec passant à 15 $\mu\text{m} < 2\%$, diamètre médian d 50 entre 65 et 85 μm , passant à 125 $\mu\text{m} > 85\%$, on utilise une liqueur sursaturée d'aluminate de sodium issue de l'attaque alcaline de bauxite ayant une concentration C= 162g Na_2O caustique/litre Rp = 1,09 en visant en fin de décomposition un Rp de 0,6 pour conserver 10 une productivité de l'ordre de 80 kg Al_2O_3 par m^3 de liqueur.

Selon l'art antérieur la production de trihydrate à teneur en sodium $\text{Na}_2\text{O} < 2000 \text{ ppm}$ impliquait de centrer la production sur une teneur moyenne de : Na_2O de 1450 ppm compte tenu de la dispersion estimée à $\pm 500 \text{ ppm}$. Pour 15 ce faire il convenait de limiter le Rp dans la liqueur à décomposer et la concentration de Na_2O caustique respectivement à moins de 1 et de 130 g $\text{Na}_2\text{O}/\text{litre}$ correspondant à une productivité inférieure à 60 kg/m^3 .

Selon l'invention on détermine pour la teneur moyenne visée de 1450 ppm 20 Na_2O dans le trihydrate la température T de début de décomposition à partir des relations successives (1) (2) et (3) précédemment définis à partir desquelles on obtient successivement:

$$\beta_0 = 1,8089 \quad R_{pe} = 0,6025 \quad \text{et } T = 65^\circ\text{C}$$

- Selon figure 1 on introduit donc dans le décomposeur 1 en début de zone 25 de décomposition l'amorce At constituée par l'amorce recyclée Ar mélangée préalablement à l'amorce exogène Ae dans un bac à amorce (non représenté pour former à 65°C en présence de la liqueur sursaturée à décomposer Ld dont les caractéristiques ont été précédemment définies, une suspension 30 S1 à 800 g/l de matière sèche exprimée en $\text{Al}(\text{OH})_3$. Cette suspension est maintenue en agitation et sa concentration en matière sèche augmente S2, S3...Sn par précipitation du trihydrate d'alumine au cours de son passage dans les n décomposeurs en cascade ($n \geq 3$) dont la température 35 varie entre 65°C dans le décomposeur de tête et 54°C dans le décomposeur n. En fin de décomposition lorsque Rp est voisin de 0,6 (0,62 dans le cas

- présent) on prélève dans l'avant dernier décomposeur n-1 une fraction Sp représentant 20% en volume de la suspension Sn-1 qui est introduite dans une zone de classification Cl d'où l'on extrait une partie grenue P (de l'ordre de 10% du poids total de matière sèche dans la suspension Sn-1) constituant la production de trihydrate d'alumine à gros grain conforme à 5 la spécification granulométrique alors que la partie surnageante de particules fines en suspension Sf est introduite dans le dernier décomposeur n pour être mélangée à la fraction principale non prélevée de la suspension Sn-1.
- 10 La suspension finale Sn dont le temps de séjour moyen dans la zone de décomposition constituée par les n décomposeurs en cascade est de 40 heures environ mais peut varier de 35 à 50 heures est soumise à une séparation solide-liquide F pour isoler la phase liquide de liqueur décomposée jusqu'à $R_p \sim 0,6$, destinée à être recyclée comme liqueur d'attaque de la bauxite, de la phase solide de trihydrate d'alumine de granulométrie non sélectionnée qui est recyclée comme amorce. après 15 contrôle granulométrique puis addition d'amorce fine "exogène" dans le décomposeur de tête.
- 15 L'objectif de granulométrie de l'amorce recyclée passant à 15 $\mu\text{m} < 2\%$, diamètre médian d 50 entre 65 et 85 μm et passant à 125 $\mu\text{m} > 85\%$ imposé par la granulométrie du trihydrate de production est en relation directe avec la densité de nucléation à viser Δc en début de décomposition. A partir d'un nombre suffisant d'expérimentations un modèle relationnel a 20 été établi, il est du type:
- $$(5) \Delta c (d_{3,24}) = (Ax^2 + Bx + c) 10^5$$
- 25 Δc (d_{3,24}) représente la densité de nucléation apparente pour le diamètre de référence d = 3,24 micromètres qu'il faut viser en début de décomposition à température T;
- 30 x représente le passant d'amorce recyclée exprimée en pourcentage pondéral pour un seuil de coupure choisi entre 10 et 45 micromètres A, B et C étant des constantes correspondantes au seuil de coupure choisi.
- 35 Ainsi dans le cas présent où la granulométrie du trihydrate de production spécifie que le passant à 15 micromètres doit rester inférieur à 1% en

poids cela implique de conserver sur l'amorce recyclée un passant à 15 micromètres inférieur à 2% et de préférence à 1,5% en poids. la relation (5) à $T = 65^\circ\text{C}$ devient pour un seuil de coupure à 15 μm où $A = 0,22$, $B = 1,50$ et $C = 2,30$.

5

$$\Delta c(d_{3,24}) = (0,22 x^2 + 1,50 x - 2,30) 10^5$$

et pour un passant de $x = 1,5\%$ au seuil de coupure de 15 μm , $\Delta c(d_{3,24}) = 0,44 10^5$.

10

On détermine parallèlement la densité de nucléation effective $\Delta e(d_{3,24})$ et le débit d'amorce fine correspondant avant correction. Dans le cas présent $\Delta e(d_{3,24}) = 0,35 10^5$ pour un débit pondéral de fines correspondant de 7% de la production. Ces valeurs sont reportées dans la relation (4) de variation de la densité de nucléation Δe en fonction du débit pondéral de fines Q également exprimé en % de la production, applicable pour $T = 65^\circ\text{C}$.

20 Le correctif d'amorce est alors graphiquement déterminé selon fig. 2 par l'intersection de la droite horizontale (A), de consigne de densité de nucléation $0,44 10^5$ représentation de la relation (5) à $T = 65^\circ\text{C}$ et de la droite (B) de pente 0,08 passant par le point de mesure de la densité effective de nucléation $0,35 10^5$ pour un débit pondéral correspondant de fine de 7%, représentation de la relation (4) à $T = 65^\circ\text{C}$.

25

Dans le cas présent le correctif d'amorce est à régler sur un débit pondéral d'amorce exogène fine correspondant à 8,5% de la production soit une majoration de 1,5% par rapport à la valeur initiale.

30 Sur plusieurs semaines de production la plage de variation de densité de nucléation a nécessité un réglage du débit pondéral d'amorce exogène entre 6 et 10% de la production.

35 Le trihydrate d'alumine produit, en conservant une productivité de l'ordre de 80 kg $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{m}^3$, était conforme aux spécifications granulométriques avec notamment $d_{50} = 80 \pm 10 \mu\text{m}$ et des teneurs en sodium bien centrées sur la valeur de consigne $\text{Na}_2\text{O} = 1450 \text{ ppm}$ puisque la dispersion n'était que de $\pm 200 \text{ ppm}$ contre $\pm 500 \text{ ppm}$ selon l'art

antérieur.

L'invention a été mise en oeuvre dans d'autres conditions illustrées par les exemples suivants:

5 EXEMPLE 1

Avec une liqueur sursaturée de $R_p = 1$ C = 154 g Na₂O caustique/litre on a produit un trihydrate de diamètre médian $d_{50} = 70 \pm 10 \mu\text{m}$ avec une productivité voisine de 65 kg Al₂O₃/m³ et une teneur en Na₂O = 900 ± 100 ppm en réglant la température T de début de décomposition à 70°C et le correctif d'amorce exogène centré sur 10% de la production. A noter que l'obtention directe de trihydrate d'alumine à teneur en Na₂O < 1000 ppm n'était pas réalisable selon l'art antérieur dans des conditions industrielles viables.

15 EXEMPLE 2

A partir d'une liqueur sursaturée de $R_p = 1,05$ et de concentration C = 154 g Na₂O caustique/litre on a produit un trihydrate d'alumine de diamètre médian $d_{50} = 60 \pm 10 \mu\text{m}$ avec une teneur en Na₂O de 1200 ± 150 ppm et une productivité de l'ordre de 70 kg Al₂O₃ en réglant la température de début de décomposition T à 68°C et le correctif d'amorce fine exogène sur 12% de la production. A noter que pour le trihydrate fabriqué selon l'art antérieur la dispersion des teneurs en Na₂O autour de la valeur moyenne de 1200 ppm était de ± 400 ppm.

25 EXEMPLE 3

A partir d'une liqueur sursaturée de $R_p = 1,05$ et de concentration C = 162 g Na₂O caustique/litre on a produit à partir d'un correctif d'amorce de trihydrate à texture mosaïque (75% en poids des grains compris entre 10 et 30 μm) du trihydrate d'alumine à texture mosaïque de diamètre médian $d_{50} = 100 \pm 10 \mu\text{m}$ avec une teneur en Na₂O de 1200 ± 150 ppm et une productivité de 73 kg Al₂O₃/m³ en réglant la température T de début de décomposition à 66°C et le correctif d'amorce fine exogène à texture mosaïque à 3% de la production.

35

AVANTAGES DU PROCEDE

Le procédé selon l'invention permet non seulement de fabriquer du

REVENDICATIONS

1. Procédé de fabrication de trihydrate d'alumine à teneur en sodium et granulométrie réglées, par décomposition d'une liqueur sursaturée d'aluminate de sodium issue de l'attaque alcaline de bauxite selon le procédé Bayer et comportant la mise en contact en tout début de décomposition de la totalité de l'amorce avec la totalité de la solution d'aluminate de sodium à décomposer pour former une suspension à haute concentration en matière sèche sous forme Al(OH)_3 , caractérisé par les étapes suivantes:
 - 5 a) A partir d'un modèle relationnel préétabli entre la température de début de décomposition et la teneur en sodium du trihydrate d'alumine précipité, on fixe la température T de début de décomposition de la liqueur sursaturée L_d en fonction de la teneur en sodium visée dans le trihydrate d'alumine, ladite liqueur sursaturée ayant un rapport R_p des concentrations $\text{Al}_2\text{O}_3 \text{ g/l}/\text{Na}_2\text{O}$ caustique g/l en solution compris entre 0,9 et 1,3 et une concentration C en soude caustique comprise entre 130 et 190 $\text{g Na}_2\text{O/litre}$.
 - 10 b) on forme dans le 1er décomposeur ou décomposeur de tête de la zone de décomposition comportant n décomposeurs en cascade une suspension d'au moins 700 g et de préférence 800 et 1200 g de matière sèche par litre de liqueur à décomposer L_d , par mise en contact avec agitation de ladite liqueur à la température T fixée inférieure à 80°C et généralement comprise entre 60°C et 75°C, avec l'amorce A_t de trihydrate d'alumine constituée en majeure partie de trihydrate d'alumine recyclé comme amorce A_r après extraction d'une fraction du trihydrate de granulométrie grossière pour la production P , et pour la partie mineure restante, d'amorce fine de trihydrate d'alumine dite amorce fine "exogène" A_e car produite ou transformée à partir d'une source distincte de la chaîne de décomposition de n réacteurs.
 - 15 c) Après un temps de séjour de la suspension dans la zone de décomposition à une température t , variable dans l'intervalle $80^\circ\text{C} > T \geq t \geq 50^\circ\text{C}$, jusqu'à l'obtention d'un $R_p < 0,7$ on prélève une fraction S_p n'excédant pas 50% en volume de la suspension homogénéisée S_{n-1} à haute concentration en matière sèche circulant dans la zone de

16

trihydrate d'alumine avec la teneur en sodium et la granulométrie désirée sans perte de productivité mais il permet de surcroît:

- d'abaisser si on le désire la limite inférieure de teneur en sodium dans le trihydrate à moins de 1000 ppm de façon industrielle,
- 5 - de réduire la dispersion granulométrique autour des valeurs de consignes choisies compte tenu de l'obtention d'une seule population de grain,
- 10 - de réduire la dispersion des teneurs en sodium autour des valeurs de consignes choisies,
- de modifier la texture des grains de trihydrate, par exemple par passage de la texture de type radial à la texture de type mosaïque et
- 15 inversement, sans altération des autres caractéristiques teneur en sodium résiduel et granulométrie.

20

25

30

35

décomposition.

- d) Sur la fraction de suspension Sp prélevée on effectue un classement granulométrique C pour séparer la partie grene qui est extraite pour constituer la production P de trihydrate d'alumine de grosse granulométrie, de la partie surnageante Sf de fines particules en suspension qui est mélangée à la fraction Sn-1 non prélevée de la suspension circulant dans la zone de décomposition.
- e) On soumet la suspension Sn résultant du mélange, en fin de décomposition, à une séparation solide liquide F, la phase liquide constituée par la liqueur décomposée est renvoyée dans le circuit Bayer comme liqueur d'attaque de la bauxite alors que la phase solide de trihydrate d'alumine de granulométrie non sélectionnée Ar est recyclée comme amorce At après contrôle granulométrique et addition d'amorce fine "exogène" Ae dans le décomposeur de tête.
- f) A partir d'un modèle relationnel préétabli entre la granulométrie de l'amorce recyclée et la densité de nucléation apparente Δ de la suspension S1 à la température T en tête de décomposition, ladite densité de nucléation Δ étant définie comme le nombre de particules par gramme de trihydrate centrées, dans un intervalle de $\pm 0,1 \mu\text{m}$, sur le diamètre de référence d choisi exprimé en micromètre, on détermine la densité de nucléation apparente, à viser Δc pour obtenir la granulométrie de l'amorce recyclée Ar imposée par celle du trihydrate de production l'on compare ensuite cette densité à la densité de nucléation réellement mesurée Δe et l'on corrige l'écart de densité par ajustement du débit pondéral d'amorce exogène Ae de telle sorte que l'on compense un déficit de densité du nombre de particules par rapport à la densité à viser Δc par une augmentation du débit pondéral d'amorce fine "exogène" Ae et un excès du nombre de particules par rapport à la densité à viser Δc par une diminution de ce débit pondéral d'amorce fine exogène, cette correction par apport modulé d'amorce exogène devant rester dans l'intervalle de 0 à 20% en poids de la production de trihydrate d'alumine.

35

2. Procédé selon la revendication 1 caractérisé en ce que le Rp de la

liqueur sursaturée L_d à décomposer est compris entre 1 et 1,1.

3. Procédé selon les revendications 1 ou 2 caractérisé en ce que la concentration C en soude caustique de la liqueur sursaturée Ld à décomposer est comprise entre 150 et 170g Na₂O/litre.

5

4. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3 caractérisé en ce que le modèle relationnel préétabli entre la température de début de décomposition $T^{\circ}\text{C}$ et la teneur en sodium du trihydrate d'alumine précipité est défini par l'intermédiaire de la sursaturation β_0 de la façon suivante:

$$\text{Na}_2\text{O} \text{ incorporé (ppm/hydrate)} = 245 \text{ } \text{Bo}^3$$

avec $\beta_0 = R_p/R_{pe}$

15

et $R_{pe} = -0,7173 + 0,01313 T^{\circ}\text{C} + 0,002853 C \text{ Na}_2\text{O caustique g/l.}$

- 20 5. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4 caractérisé en ce que la correction par apport modulé d'amorce exogène doit rester de préférence entre 2% et 15% en poids de la production P de trihydrate d'alumine.

25 6. Procédé selon la revendication 1 ou 5 caractérisé en ce que l'amorce fine exogène est constituée pour au moins 70% en poids de grains de trihydrate d'alumine de diamètre compris entre 10 et 30 micromètres.

30 7. Procédé selon la revendication 1 caractérisé en ce que le diamètre de référence d choisi pour mesurer la densité de nucléation apparente est compris entre 2 et 20 μm .

35 8. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 ou 7 caractérisé en ce que pour une température de début de décomposition $T = 65^\circ\text{C}$ le modèle relationnel entre le débit pondéral Q d'amorce fine exogène exprimé en % de la production et la densité de nucléation Δ pour le diamètre de référence d: $3,24 \mu\text{m}$ est défini par la relation

$$\Delta (d_3, 24) = (A_0 + 0,08Q) \cdot 10^5$$

où A_0 est une constante

9. Procédé selon l'une des revendications 1 ou 8 caractérisé en ce que pour une température de début de décomposition T le modèle relationnel permettant de relier le taux de nucléation Δc qu'il faut viser en début de décomposition à température T pour obtenir la granulométrie désirée de l'amorce en fonction du débit pondéral d'amorce définie par un seuil de coupure choisi entre 10 et 45 micromètres est:

$$\Delta c (d_{3,24}) = (Ax^2 + Bx + C) \cdot 10^5$$

où x représente en pourcentage pondéral le passant d'amorce recyclée pour le seuil de coupure choisi et A, B et C sont les constantes correspondant à ce seuil de coupure choisi.

10 : 10. Procédé selon la revendication 1 caractérisé en ce que le temps de séjour moyen de la suspension à haute concentration en matière dans la zone de décomposition est comprise entre 35 et 50 heures.

15 11. Procédé selon les revendications 1 caractérisé en ce que le Rp en fin de décomposition est voisin de 0,60.

20 12. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1, 5 ou 6 l'amorce fine exogène a une texture de type radial ou de type mosaïque.

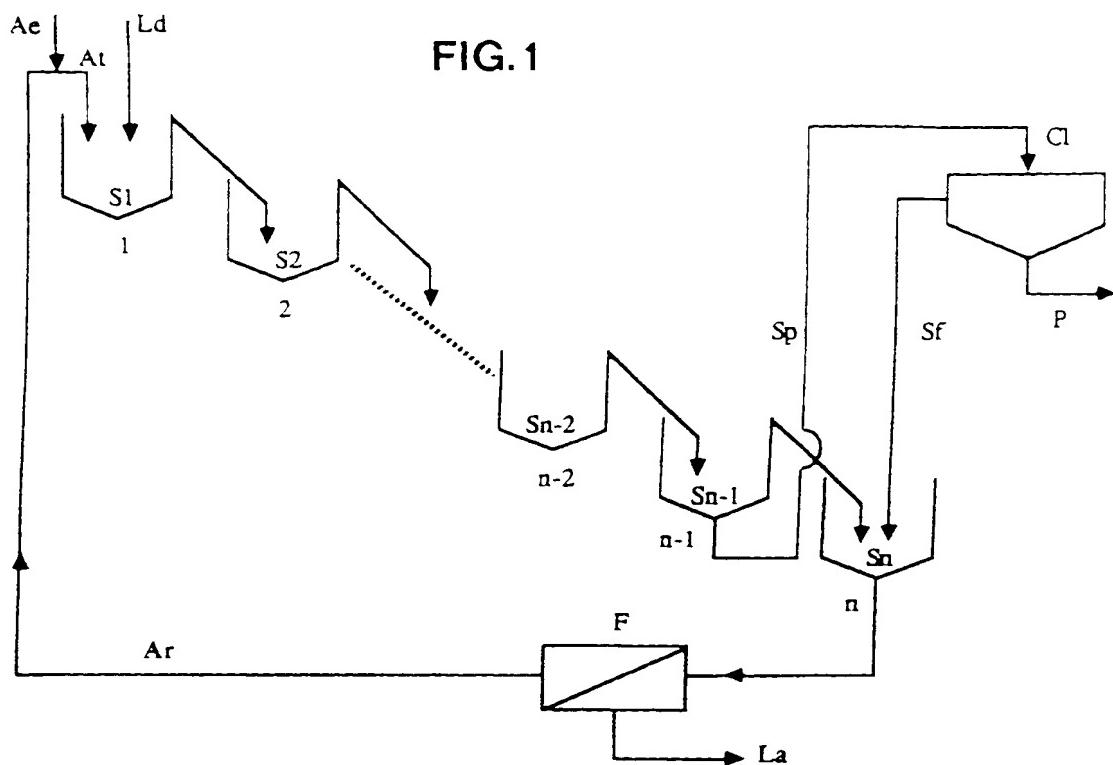
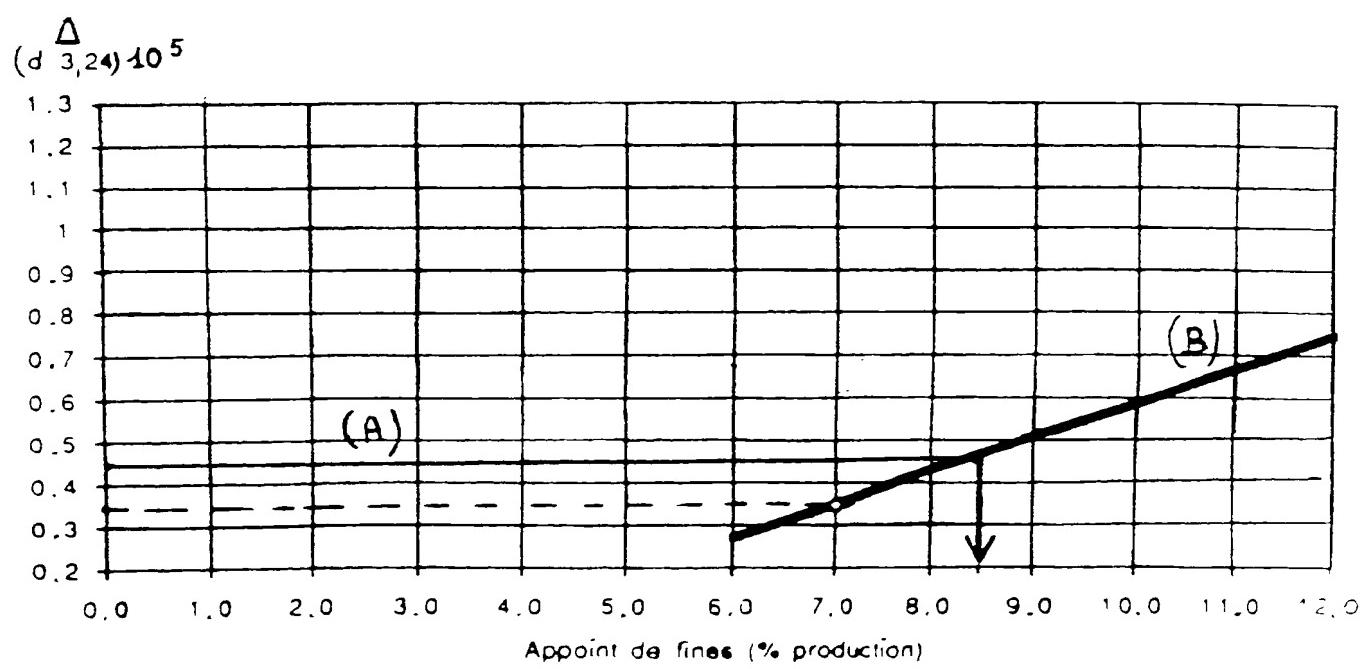
25

30

35

1/1

2709302

**FIG. 2**

RAPPORT DE RECHERCHE
PRELIMINAIREétabli sur la base des dernières revendications
déposées avant le commencement de la recherche

2709302

N° d'enregistrement
nationalFA 489701
FR 9310479

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		Revendications concernées de la demande examinée
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	
A	US-A-4 014 985 (HALEEN ET AL.) * le document en entier * ---	1,5-8,10
A D	WO-A-84 00355 (ALUMINIUM PECHINEY) & FR-A-2 529 877 (ALUMINIUM PECHINEY) ---	
A D	WO-A-85 01040 (ALUMINIUM PECHINEY) & FR-A-2 551 429 (ALUMINIUM PECHINEY) ---	
A	US-A-4 150 952 (LAFLEUR ET AL.) ---	
E	WO-A-93 16957 (COMALCO ALUMINIUM) * le document en entier * -----	1-12
		DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.Cl.5)
		C01F
1	Date d'achèvement de la recherche	Examinateur
	20 Avril 1994	Zalm, W
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES		
X : particulièrement pertinent à lui seul	T : théorie ou principe à la base de l'invention	
Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie	E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure.	
A : pertinent à l'encontre d'au moins une revendication ou arrière-plan technologique général	D : cité dans la demande	
O : divulgation non-écrite	L : cité pour d'autres raisons	
P : document intercalaire	& : membre de la même famille, document correspondant	

